

ICS 73.080
CCS Q 51

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 126—2020

**赤泥提炼铁精粉中铁、钙、硅、钛、镁、磷、
锰、铝元素含量的测定 X-射线荧光法**

X-ray fluorescence spectrometry for the determination of iron, calcium, silicon, titanium, magnesium, phosphorus, manganese and aluminum in red clay refined iron powder

2020-12-23发布

2020-12-30实施

广西标准化协会 发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国铝业股份有限公司广西分公司提出。

本文件起草单位：平果铝业有限公司、百色市质量综合检验检测研究院（国家铝金属产品质量监督检验中心）、中国铝业股份有限公司广西分公司、广西大学。

本文件主要起草人：刘瑾萍、罗湘宁、刘勇、唐文阳、张正林、朱华、麻明华、吴妮、李春碧、蒙卓玮、黄寿标、关瑜婷、曾建民。

赤泥提炼铁精粉中铁、钙、硅、钛、镁、磷、锰、铝元素含量的测定 X-射线荧光法

1 范围

本文件规定了赤泥提炼铁精粉中铁、钙、硅、钛、镁、磷、锰、铝元素含量测定的要求。

本文件适用于赤泥提炼铁精粉中铁、钙、硅、钛、镁、磷、锰、铝等元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将样品用高纯四硼酸锂+偏硼酸锂混合熔剂熔融制备成玻璃状熔融样片，其中加入钴作为分析铁元素的内标元素，测量标准样品各元素强度，铁用与钴的强度比制作工作曲线，其他元素直接制作工作曲线，然后测量未知样品各元素浓度。

5 试剂与材料

- 5.1 四硼酸锂+偏硼酸锂混合熔剂（67:33），高纯。
- 5.2 钴玻璃粉，优级纯。
- 5.3 氟化锂，优级纯。
- 5.4 溴化锂，优级纯。
- 5.5 铁矿石标准样品。

6 仪器设备

- 6.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪（真空型）。

- 6.2 高频熔融炉（最高使用温度不低于 1 600 ℃）。
- 6.3 铂金黄金坩埚（与高频熔融炉配套）。

7 测定步骤

7.1 取样及制样

按GB/T 10322.1规定进行取、制样。按GB/T 6730.1规定制备预干燥试样。

7.2 熔融样片制备

7.2.1 熔融样品制备的精度应满足 RSD 不大于 0.3%（以 Fe 为测量元素）。

7.2.2 熔片制备：称取高纯四硼酸锂：偏硼酸锂（67:33）6.0 g±0.0002 g 于铂金黄金坩埚中，准确称入 0.5000 g±0.0001 g 铁精粉标样（未知），再准确称入 0.5000 g±0.0001 g 钴玻璃粉，称入 0.6000 g±0.0010 g 氟化锂，加 4 滴 40% 的溴化锂溶液，与高频熔融炉上熔样，熔样完成冷却后，倒出。

7.3 工作曲线的制作

7.3.1 X 荧光仪测量条件

X光管的电压电流分别为40 KV、80 mA。

7.3.2 元素测量条件

铁元素利用铁和钴测量的强度比与铁元素含量制作工作曲线；除铁元素之外的其他元素分别用强度与含量制作工作曲线，元素测量条件见表1。

表1 元素测量条件

元素测量谱线	分析晶体
FeKa	LiF200
CoKa	LiF200
CaKa	LiF200
SiKa	INSB
TiKa	LiF200
MgKa	ADP
PKa	Ge111
MnKa	LiF200
AlKa	PET

7.4 样品的测量

按照制作工作曲线熔融铁矿石标准样品的熔片方法制备未知样品的玻璃片，在 X 射线荧光光谱仪上进行测量，直接得出未知样品中各元素含量，元素测量范围见附录 A。

8 计算及结果表示

根据重复性和允许差对测量结果进行判定, 应符合GB/T 6379. 2的规定, 来确定分析结果, 元素含量转换成氧化物含量的换算系数见附录B。

9 精密度

精密度计算方法见表3。

表2 精密度计算方法

元素	R _d	P	σ_d	σ_L
Fe	$R_d=0.2757-0.00189X$	0.40%	----	----
Si	$LgRd=0.0890LgX-1.5266$	$LgP=0.4639LgX-1.1758$	$Lg\sigma_d=0.0890LgX-1.9738$	$Lg\sigma_L=0.5333LgX-1.6830$
Ca	$LgRd=0.3583LgX-1.6872$	$LgP=0.3478LgX-1.2766$	$Lg\sigma_d=0.3583LgX-2.1344$	$Lg\sigma_L=0.3334LgX-1.7864$
Mg	$LgRd=0.1691LgX-1.3557$	$LgP=0.4797LgX-1.0666$	$Lg\sigma_d=0.1691LgX-1.8029$	$Lg\sigma_L=0.7348LgX-1.6374$
Al	$LgRd=0.2031LgX-1.7426$	$P=0.0166X+0.0224$	$Lg\sigma_d=0.2031LgX-2.1898$	$\sigma_L=0.0059X+0.0069$
Ti	$LgRd=0.4610LgX-1.9485$	$LgP=0.4387LgX-1.2759$	$Lg\sigma_d=0.4610LgX-2.3957$	$Lg\sigma_L=0.4384LgX-1.7343$
Mn	$LgRd=0.3666LgX-2.3200$	$LgP=0.3997LgX-1.5521$	$Lg\sigma_d=0.3666LgX-2.7672$	$Lg\sigma_L=0.3511LgX-2.0695$
P	$LgRd=0.0552LgX-2.6439$	$LgP=0.4241LgX-1.6293$	$Lg\sigma_d=0.0552LgX-3.0910$	$Lg\sigma_L=1.4159LgX+0.5213$

注: X——试样中元素的平均含量(质量百分数), %;
R_d——实验室内允许差(重复性);
P——实验室间允许差;
 σ_d ——实验室内标准偏差;
 σ_L ——实验室间标准偏差。

附录 A
(规范性)
元素测量范围

元素测量范围(质量分数)见表A.1。

表A.1 元素测量范围

元素	测量范围(%)
Fe	40.00~65.00
Ca	0.02~10.00
Si	0.08~10.00
Ti	0.005~8.00
Mg	0.15~5.00
P	0.005~5.00
Mn	0.010~3.00
Al	0.02~8.00

附录 B
(规范性)
元素含量转换成氧化物含量的换算系数表

元素含量转换成氧化物含量的换算系数见表B. 1

表B. 1 元素含量转换成氧化物含量的换算系数表

元素	氧化物	换算系数
Fe	Fe ₂ O ₃	1. 4297
Ca	CaO	1. 3992
Si	SiO ₂	2. 1393
Ti	TiO ₂	1. 6683
Mg	MgO	1. 6583
P	P ₂ O ₅	2. 2914
Mn	MnO	1. 2912
Al	Al ₂ O ₃	1. 8895



中华人民共和国团体标准

赤泥提炼铁精粉中铁、钙、
硅、钛、镁、磷、锰、铝元素
含量的测定 X-射线荧光法

T/GXAS 126—2020

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究